

Japanese Patent Laid-Open S62-297286 ✓

Laid-Open : December 24, 1987

Application No. : S61-139788

Filed : June 16, 1986

Title METHOD FOR METALIZING ALUMINUM NITRIDE
CERAMICS

Inventor : Kouzou MATSUMOTO, et al.

Applicant : Fuji Electric Co., Ltd.

A method for metalizing aluminum nitride ceramics, comprising previously forming a coated layer of an oxide silicon on a surface of the aluminum nitride ceramics, thereafter forming a coated layer of powder mix of a high melting point metal and an activated metal thereon and firing in a weakly oxidizing atmosphere.

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭62-297286

⑬ Int.Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 昭和62年(1987)12月24日

C 04 B 41/90

C-7412-4G

審査請求 未請求 発明の数 1 (全4頁)

⑮ 発明の名称 窒化アルミニウムセラミックスのメタライズ方法

⑯ 特 願 昭61-139788

⑰ 出 願 昭61(1986)6月16日

⑱ 発 明 者	松 本	浩 造	川崎市川崎区田辺新田1番1号	富士電機株式会社内
⑲ 発 明 者	椎 名	利 枝	川崎市川崎区田辺新田1番1号	富士電機株式会社内
⑳ 発 明 者	吉 田	静 安	川崎市川崎区田辺新田1番1号	富士電機株式会社内
㉑ 出 願 人	富士電機株式会社		川崎市川崎区田辺新田1番1号	
㉒ 代 理 人	弁理士 山口 巖			

明 細 書

1. 発明の名称 窒化アルミニウムセラミックスのメ
タライズ方法

2. 特許請求の範囲

1) 窒化アルミニウムセラミックスの表面にあらかじめ酸化シリコンの被膜を形成した後、高融点金属と活性化金属の混合粉体の被膜を形成し、弱酸化性雰囲気中で焼成することを特徴とする窒化アルミニウムセラミックスのメタライズ方法。

2) 特許請求の範囲第1項記載のメタライズ方法において、窒化アルミニウムセラミックスは酸化イットリウムを含有することを特徴とする窒化アルミニウムセラミックスのメタライズ方法。

3) 特許請求の範囲第1項記載のメタライズ方法において、シリコンのアルコール溶液を塗布し加熱焼成して酸化シリコンの被膜を形成することを特徴とする窒化アルミニウムセラミックスのメタライズ方法。

3. 発明の詳細な説明

(発明の属する技術分野)

この発明は、窒化アルミニウムを主成分とするセラミックス焼結体のメタライズ方法に関する。
(従来技術とその問題点)

半導体を支持する役目をもつ基板やパッケージ用のセラミックスとしては、これまで専らアルミナが多用されてきたが、その熱伝導率が低いため半導体素子の発熱と放熱が問題となる高集積・高密度実装用の基板としては適当でない。これに対し、酸化イットリウムあるいは酸化カルシウムなどを0.5～5.0重量%含有する窒化アルミニウム(A&N)は、アルミナと同様の高い体積抵抗率、高い絶縁耐圧、低い誘電率をもち、かつ高い熱伝導率(アルミナの5～8倍)、低い熱膨張率(シリコンに近い)および高い強度(アルミナの約2倍)を有しているため、素子発熱とその放熱が問題となるパワーIC、LSIおよびVLSIなどの基板あるいはパッケージ材料として有望視される。

一方、セラミックスを半導体用基板として用いる際には、導体回路形成のためにメタライズすることが必要となる。このメタライズ層は、基板で

あるセラミックスと強固に結合し、緻密であって、素子を実装するときの接合性と気密性に優れていることが要求される。アルミナにおいては、高融点金属のモリブデンあるいはタングステン粉体と、活性化金属であるマンガンまたはチタン粉体の混合粉体をその表面に塗布し、弱酸化性雰囲気中において1300℃乃至1550℃の温度で焼成するメタライズ方法がいわゆる高融点金属法またはテレフンケン法として知られている。

ALN 基板のメタライズ方法としては、従来次の3方法が知られている。即ち、

(1) ALN を1000℃乃至1400℃に加熱し、酸化してアルミナ(Al_2O_3)層を形成してからALN 基板上に銅板を配置し、酸素分圧および温度をCu-O系の共晶温度に精密に制御した電気炉中で接合処理を行ってメタライズする方法。

(2) ALN 基板表面に金、銀-パラジウム、銅などとガラス成分を含むペーストを塗布したのち、これを焼成してメタライズする方法。

上記(1)の方法による基板はDBC(Direct Bond

Copper) 基板として知られているが、接合処理にあたって酸素分圧と温度の厳密な制御が要求され、条件設定のわずかな相違によりALN 基板と銅層との接合強度、気密性にバラツキを生じやすい。またALN と銅の熱膨張係数が大きく異なるため、周囲温度の影響により両者に歪みを生じ信頼性に問題がでてくる。(2)の方法はいわゆる厚膜法であるが、基板とメタライズ層の接合強度は1.2~2.0 kg/cm² のレベルであり、さらにハンダ付けおよびろう付け性が劣り気密性も不充分であった。

従ってALN を高熱伝導性半導体基板として実用化するには、信頼性および経済性に優れたメタライズ方法を確立することが必要である。

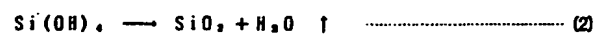
〔発明の目的〕

この発明は上記の欠点に鑑みてなされたものであり、その目的とするところは接合強度および気密性に優れかつ経済性にも優れた窒化アルミニウムセラミックスのメタライズ方法を提供するにある。

〔発明の要点〕

〔発明の実施例〕

次にこの発明の実施例を図面にもとづいて説明する。窒化アルミニウムセラミックス11(ALN)は1重量%の酸化イットリウムを焼結助剤として含有しホットプレス法で作製したものを用いた。このALN の表面にシリコンアルコラート($Si(OC_4H_9)_4$)の水-イソプロピルアルコール溶液あるいは水-エチルアルコール溶液をディップ法で塗布し、150℃乃至500℃の温度で加熱処理して0.8μm 厚でALN に強固に結合した緻密な酸化シリコン被膜12を形成させた。塗布方法はディップ法その他、スプレー法も適用できるし、酸化シリコンの被膜厚さは塗布方法あるいは塗布回数などにより任意に制御できる。酸化シリコンは次の化学反応を経て形成される。



(1)式はアルコラート溶液中での加水分解反応であり、(2)式は加熱処理時の反応である。本発明の場合酸化シリコンは1μm 前後の厚さで充分その目

この発明は窒化アルミニウムセラミックスの表面にあらかじめ酸化シリコンの被膜を形成した後、高融点金属と活性化金属の混合粉体で被覆し、弱酸化性雰囲気中で焼成して窒化アルミニウムセラミックスをメタライズしたのでその目的を達する。

すなわち、窒化アルミニウムセラミックスをモリブデンあるいはタングステンからなる高融点金属とマンガンあるいはマンガノーチタンからなる活性化金属の混合粉体で被覆し、水素ガスを水中にバブルさせた水素-水蒸気系混合ガスよりなる弱酸化性雰囲気中で焼成しても良好なメタライズ層は得られないが、ALN 表面上に酸化シリコンの被膜を形成してから高融点金属と活性化金属の混合粉体で被覆し弱酸化性雰囲気中で焼成すれば良好なメタライズ層が得られることを見出したものである。換言すると、ALN にアルミナのメタライズ方法であるテレフンケン法を直接的に適用することはできないが、ALN 表面を酸化シリコンに変換しておけばテレフンケン法をそのまま適用できるというものである。

的を達する。

AEN 表面に対する酸化シリコンの被膜形成はスパッタなどの物理的方法でも可能である。一方市販のモリブデンとマンガンの粉体を重量で80対20の割合で秤量し、これに有機溶剤と粘結剤を加えてらいかい機で混合粉砕して粒径が $5\mu\text{m}$ 以下のスラリーとなし、スクリーン印刷法で酸化シリコン被膜上に $18\mu\text{m}$ の厚さに塗布してモリブデンとマンガンの混合粉体13を被覆した。これを電気炉中で温度 50°C の水中をバブリングした水素を流しながら焼成した。昇温は $300^\circ\text{C}/\text{時間}$ の速度で行い、最高温度 1400°C で1時間保持した。得られたモリブデンのメタライズ層15の厚さは $11\mu\text{m}$ であった。このあとメタライズ層15に無電解メッキ法で $4\mu\text{m}$ の厚さにニッケルメッキを施した。これを水素と窒素の混合雰囲気中において $820^\circ\text{C}\times 15\text{分}$ の熱処理を行ってメッキの剥離、フクレなどの有無を検査し欠陥のないことを確かめた。次にニッケルメッキしたAEN基板と厚さ 3mm のFe-Ni合金(ニッケル42重量%)を銀ろう(BAG-

8)によって接合し、その気密性をヘリウムリーク試験によって調べた。接合部のヘリウムリーク量は $1\times 10^{-8}(\text{atm}\cdot\text{cm}^3/\text{sec})$ 以下であり、気密性は良好であった。さらにメッキ処理したAEN基板上に直径が 0.5mm の銅線を共晶ハンダ(40%Pb-60%Sn)でハンダ付けしてその引張試験を行った。この試験では全て銅線が破断し、メタライズ層15とAEN基板の界面およびメタライズ層とメッキ界面などでの破損はなかった。銅線が破断したときの単位面積あたりの強度は $25\text{kg}/\text{mm}^2$ であり、本発明の方法によるAEN基板とメタライズ層の界面は $25\text{kg}/\text{mm}^2$ 以上の強度があることがわかった。

次にこの発明の他の実施例を説明する。市販のモリブデン、マンガンおよびチタンの粉体を重量で80対15対5の割合で秤量し、有機溶剤、粘結剤を加え、らいかい機で混合粉砕し $5\mu\text{m}$ 以下の粒径の粉体を含むスラリーを調整した。これを第1実施例と同様の条件で処理した窒化アルミニウムセラミックス11の酸化シリコン被膜12上に $20\mu\text{m}$ 厚さに印刷してモリブデンとマンガンとチタンの

混合粉体の被膜を形成し、 20°C の水中を通した水素ガス雰囲気中で温度 1450°C において1時間焼成し、モリブデンメタライズ層を形成した。このメタライズ層について第1実施例と同様の特性評価を行った。その結果は第1実施例と同じく良好であった。

以上の実施例では高融点金属としてモリブデンを用いているがタングステンを用いてもモリブデンの場合と同様の結果が得られることを実験的に確認した。

上述の実施例に述べたような弱酸化性雰囲気においては、モリブデンあるいはタングステン等の高融点金属は酸化されることがないが、マンガン、チタン等の活性化金属は酸化されてそれぞれ酸化マンガン、酸化チタン等となる。一方酸化シリコンの被膜12は、弱酸化性雰囲気中で窒化アルミニウムセラミックスAENを酸化してアルミナ(AEN₂O₃)に変化させる反応を容易にすると考えられ、このためにあとに述べるガラス化反応が可能となる。生成した中間層14(アルミナ層と思われる)

は、上述の酸化マンガン、酸化チタンあるいは酸化シリコンと反応してガラス層16を形成しモリブデン粉体17の間隙を埋めてメタライズ層15が形成される。このガラス層16は中間層14と化学的に結合しているためにメタライズ層15と窒化アルミニウムセラミックス11との接合強度は大きい。さらにこのガラス層は緻密にモリブデン粉体17の間隙を埋めるためにメタライズ層15は気密に窒化アルミニウムセラミックス11と接合する。

【発明の効果】

この発明では窒化アルミニウムセラミックスの表面にあらかじめ酸化シリコンの被膜を形成してから、高融点金属と活性化金属の混合粉体の被膜を形成し、弱酸化性雰囲気中で焼成することとしたので、酸化シリコンにより窒化アルミニウムセラミックスの中間層への変化が容易となる結果活性化金属の酸化物と窒化アルミニウムセラミックス表面に形成された中間層とのガラス化反応が可能となり、気密性に優れかつ接合強度の大きなメタライズ層を形成することになる。またこの方法

によればアルミナのメタライズに使用される工業的に確立された高融点金属法（あるいはテレフンケン法）をそのまま利用できるので既存の設備を使用することができ経済性に優れたメタライズ方法であるといことができる。

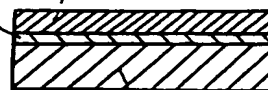
4. 図面の簡単な説明

第1図はこの発明の実施例のメタライズ層形成前の窒化アルミニウムセラミックスを示す模式断面図、第2図はこの発明の実施例のメタライズ層を形成した窒化アルミニウムセラミックスを示す模式断面図である。

11……窒化アルミニウムセラミックス、12……酸化シリコンの被膜、13……モリブデンとマンガンの混合粉体の被膜。

12 酸化シリコンの被膜

13 モリブデンとマンガンの混合粉体の被膜



11 窒化アルミニウムセラミックス

第 1 図

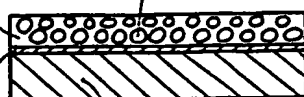
代理人弁護士 山口



16 ガラス層

17 モリブデン粉体

15 メタライズ層



11 窒化アルミニウムセラミックス

14 中間層

第 2 図